

⑨日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑪公開特許公報(A)

昭54—43179

⑫Int. Cl.²

B 01 D 53/02

識別記号

1 0 1

⑬日本分類

13(7) B 62

庁内整理番号

6675—4D

⑭公開 昭和54年(1979)4月5日

発明の数 1

審査請求 有

(全 5 頁)

⑮吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分離法における吸着剤再生方法

⑯特 願 昭52—109626

⑰出 願 昭52(1977)9月12日

⑱発 明 者 大久保民生

札幌市白石区菊水五条2丁目29

番地 株式会社ほくさん ほく
さん研究所内

⑲発 明 者 藤原竜義

札幌市白石区菊水五条2丁目29

番地 株式会社ほくさん ほく
さん研究所内

⑳出 願 人 株式会社ほくさん

札幌市中央区北三条西1丁目2
番地

㉑代 理 人 弁理士 斉藤義雄

明 細 書

1. 発明の名称 吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分離法における吸着剤再生方法

2. 特許請求の範囲

ゼオライトなどの吸着剤を収納した吸着塔を複数塔用意し、これら吸着塔に対し原料混合ガスを入力側から常圧以上に加圧供給した後、各吸着塔毎に位相をずらせて所定の塔内圧力変動を伴うサイクルにより、上記混合ガス中の吸着成分を吸着剤に吸着し、非吸着成分を生成ガスとして出力側から吐出するようにした吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分離法において、吸着成分を吸着した吸着剤の再生にあたり、当該吸着塔の入力側から最低圧力となるまで向流減圧を行なつて、同塔内の吸着成分に富んだガスを排気した後、同吸着塔の出力側へ他吸着塔から前記生成ガスよりも純度が低く原料混合ガスよりも純度の高い成分ガスを供給して、同吸着塔の吸着剤間隙中に残留する吸着成分に富ん

だガスを一部入力側より排気する第1段階工程と、同吸着塔の出力側へ他吸着塔から生成ガスを供給して、同吸着塔の吸着剤空孔内吸着成分の脱着と、上記第1段階工程後も残留する吸着剤間隙中の吸着成分に富んだガスとを排気する第2段階工程とによる工程によつて前記再生を行なうようにしたことを特徴とする吸着剤による混合ガスの圧力変動式吸着分離法における吸着剤再生方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は例えばゼオライト等の吸着剤を収納した複数の吸着塔を用いて、これに空気などの原料混合ガスを供給し、所定の塔内圧変動を伴うサイクルによつて吸着剤に窒素等の吸着成分を吸着することにより、酸素等の非吸着成分を吸着塔の出力側から分離吐出させるようにした既知の混合ガス吸着分離法に関し、特に同法サイクル中吸着成分を吸着した吸着剤の再生方法に係るものである。

従来この種の再生手段としては、当該吸着塔

の入力側から最低圧力となるまで同塔内のガスを排気する所謂向流減圧（原料混合ガスの供給方向とは逆方向へ排気する。）を行なつて、吸着成分に富んだ上記ガスを外部へ放出した後、バージ工程を実施するのであるが、同工程では同吸着塔の出力側に対し、他吸着剤で生成された高価な生成ガスを供給するようにしている。

従つて同法によれば上記の生成ガスを用いることによつて、まだ吸着剤間隙に残留している吸着成分に富んだガスを外部に排出させ、更に吸着剤空孔内の吸着成分を脱着するという両方の動きをさせていることになり、この結果折角生成された貴重な生成ガスが、吸着剤再生のため可成り多量放出消費されてしまうことになり、ために酸素等生成ガスの回収効率が悪いものとなつてゐる。

そこでこのような点に着目して研究の結果、前記した吸着剤間隙に残留する吸着成分の排気には、純度の高い生成ガスを使用せず、これより純度の低いガスを用いても原料混合ガスより

中の吸着成分に富んだガスとを排気する第２段バージ工程とによつて当該吸着剤の再生を行なうようにしたものである。

本発明を更に第１図に示した４塔式の吸着分離装置を用いて行なう分離方法に採用した実施例により詳記すれば同図のＡ、Ｂ、Ｃ、Ｄはゼオライト等の吸着剤を収納した吸着塔で、その入力側には図示しないコンプレッサなどにより原料混合ガス（空気等）が、供給調整弁 V_1 を介して供給マニホールド M_1 へ供給され、更に M_1 から夫々分岐する供給開閉弁 $VA1$ 、 $VB1$ 、 $VC1$ 、 $VD1$ を通して各塔に加圧供給されるようになつてゐると共に、同入力側は夫々の排気開閉弁 $VA2$ 、 $VB2$ 、 $VC2$ 、 $VD2$ を介して排気マニホールド M_2 に連通し、同 M_2 の端末は排気調整弁 V_2 を通して外気に開放されている。

次に同装置の出力側は、吸着塔Ａ、Ｂ、Ｃ、Ｄの夫々に連結した吐出開閉弁 $VA3$ 、 $VB3$ 、 $VC3$ 、 $VD3$ が吐出マニホールド M_3 に連通し、同 M_3 の先端は吐出調整弁 V_3 を介して図示しない需要箇所へ連

特開 昭54-43179 (2)

も吸着成分が少ないものであれば同等の排気効果が得られることを確認することができたのであり、従つてこの排気に消費される生成ガスと吸着剤空孔内の吸着成分を脱着するのに必要な生成ガスとの総量を消費していた従来法では如何に多量の生成ガスが無駄に用いられていたかを知ることができる。

本発明は上記の着眼点に鑑みなされたものでバージ工程を生成ガスによる一段のバージによつて完結させることなく、一吸着塔の出力側（吐出側）へ、他吸着塔から生成ガスよりも純度が低く（例えば酸素の含有率が低い。）原料混合ガスよりも純度の高い（例えば空気中から一部の酸素が除かれている。）成分ガスを供給して、一吸着塔の吸着剤間隙中に残留する吸着成分に富んだガスを一部入力側（供給側）より排気するようにした第１段バージ工程と、一吸着塔の出力側へ他吸着塔から今度は生成ガスを供給して、一吸着塔の吸着剤空孔内吸着成分の脱着と、上記第１段バージ工程後も残留する吸着剤間隙

結されるようになつてゐると共に、吸着塔Ａ、Ｂ間に設けた第１段開閉弁 $VA4$ 、 $VB4$ 間と、吸着塔Ｃ、Ｄ間の第１段開閉弁 $VC4$ 、 $VD4$ 間とに、第１段調整弁 V_4 を連結した第１段バージ用マニホールド M_4 が設けられている。

更に同出力側には吸着塔Ａ、Ｂ間に設けた再加圧開閉弁 $VA5$ 、 $VB5$ 間と、吸着塔Ｃ、Ｄ間の再加圧開閉弁 $VC5$ 、 $VD5$ 間とに、再加圧開閉弁 V_N と再加圧調整弁 V_5 とを直列に連結した再加圧用マニホールド M_5 を設け、又更に吸着塔Ａ、Ｂ間と、Ｃ、Ｄ間とは夫々第２段開閉弁 $VP1$ 、 $VP2$ と第２段調整弁 V_6 、 V_7 が直列に連結されている。

そこで上記装置による生成ガスの吐出サイクルにつき、第２図を参照して吸着塔Ａに着目した各ステップ（全１６ステップ）の工程内容を説明すれば、

（第１、第２ステップ）

こゝでは吸着塔Ａへ原料混合ガスが供給調整弁 V_1 、供給マニホールド M_1 、供給開閉弁 $VA1$ を

介して入力側から供給加圧され続け、各ステップは所定経時(20秒)で、最高圧(2.0 kg/cm²)の圧力値を保つたまま、その出力側より吐出開閉弁VA3-吐出マニホールドM₃-吐出調整弁V₃を経て生成ガスが吐出されると共に、この生成ガスは一部予め第1再加圧^正の吸着塔Dへ、再加圧開閉弁VA5-再加圧開閉弁VM-再加圧調整弁V₅-再加圧開閉弁VD5を経てその出力側より送り込まれ、当該吸着塔Dは生成ガスによつて最高圧になるよう第2再加圧、第3再加圧される。

(第3ステップ)

供給開閉弁VA1を閉じて吸着塔Aへの原料混合ガス供給も、又吐出開閉弁VA3を閉じて生成ガスの吐出をも止め、吸着塔Aの出力側を第1段開閉弁VA4-第1段バージ用マニホールドM₄の第1段調整弁V₄-第1段開閉弁VO4を経て吸着塔Oの入力側と連通させることにより、第2ステップで減圧された同塔Oに対し吸着塔Aの並流減圧分ガス(原料混合ガスの供給方向と順

Aの向流減圧分のガスである原料混合ガスと同等成分か、僅かに吸着成分に富んだガスにより最初の加圧を受ける。(圧力値0.6 kg/cm²)

(第6ステップ)

次にこのステップで吸着塔AはVA2-排気調整弁V₂の開放により最低^正圧力になる20秒間で、外部へ向流減圧による吸着成分に富んだガスを排気することになる。(0 kg/cm²)

(第7ステップ)

こゝで本発明にかかる第1段バージを行なうことになるが、吸着塔Aは最低圧力にあり、吸着塔Dの出力側-VD4-V₄-VA4-吸着塔A-VA2-V₂の経路によつて、最高圧力或いは僅かにそれより低い圧力をもつ吸着塔Dの生成ガスよりも純度が低く原料混合ガスよりも純度の高いガスが吸着塔Aの出力側より流入し、同塔Aの入力側から排気されることにより、吸着塔Dは向流減圧、吸着塔Aは第1段バージを受けることになり、これによつて同塔Aにおいて第6ステップの向流減圧後も依然として吸着剤間隙

特開 昭54-43179 (3)

方向への減圧)である生成ガスよりも純度の低いながらも原料混合ガスより純度の高いガスが送り込まれて第1段バージが行なわれるが、当該バージについては第7ステップにおいて詳記する。そしてこゝでは10秒の経時で吸着塔Aの内圧は1.5 kg/cm²の圧力値となる。

(第4ステップ)

吸着塔Aの出力側-VA5-VB5-吸着塔Bの出力側が開通し、10秒間で吸着塔Bは吸着塔Aの並流減圧分のガスで加圧され、両塔間で夫々減圧均等化、加圧均等化が行なわれ、このときの圧力値は1.2 kg/cm²に低下する。

(第5ステップ)

今度は吸着塔Aの入力側における排気開閉弁VA2と同開閉弁VO2とが開通されて、排気マニホールドM₂を通じて第4ステップで第2段バージ(第8ステップで詳細後述)を受け最低の内圧乃至はそれより僅かに高い圧力になつている吸着塔Oとの間で夫々減圧均等化、加圧均等化が行なわれ、この間20秒で吸着塔Oは吸着塔

中に残留していた吸着成分に富んだガスの一部が排気される。(10秒、圧力値0.2 kg/cm²以下)

(第8ステップ)

吸着塔Aは最低圧力か、それより僅かに高い圧力にあり、この吸着塔Aに対し、吸着塔Bの出力側-V₆-VP1を介して同塔Bの生成ガスが供与され、このときVA2、V₂は開いているので、吸着塔Bからの生成ガスによつて吸着塔Aは本発明に係る第2段バージを受け、この結果吸着剤空隙内の吸着成分が脱着されると共に、吸着剤間隙中に依然として残留していた吸着成分に富んだガスが排気され、同塔Aの再燃が同ステップで完了する。(10秒、圧力値0.2 kg/cm²以下)

(第9ステップ)

吸着塔Aは吸着塔DとVA2、VD2により入力側が連通し、吸着塔Dからの原料混合ガスと同等或いは僅かに吸着成分に富んだガスにより、排気マニホールドM₂を介して最低圧力或いはそれより僅かに高い圧力にある同塔Aは最初の加圧を受け、両塔の圧力均等化が行なわれる。

(20 秒、圧力値 0.6 kg/cm^2)

(第 10 ステップ)

こゝでは吸着塔 A が装置の系から離され、第 9 ステップ完了の状態を保持する。(20 秒)

(第 11 ステップ)

吸着塔 A は吸着塔 C の出力側 $-VC5-V_5-VB-V_5-VA5$ を介して、同塔 C からの生成ガスにより第 1 次再加圧を受ける。(10 秒、圧力値 0.9 kg/cm^2)

(第 12 ステップ)

吸着塔 A は吸着塔 B の出力側 $-VB5-VA5$ を介して同出力側が連通し、同塔 B からの並流減圧分のガスにより加圧を受ける圧力均等化が、こゝで行なわれる。(10 秒、圧力値 1.2 kg/cm^2)

(第 13、第 14 ステップ)

吸着塔 A は吸着塔 C からの生成ガスを $VC5-V_5-VB-V_5-VA5$ の経路で受けることにより、夫々のステップで第 2 次、第 3 次再加圧され、この結果第 13 ステップでは圧力値 1.6 kg/cm^2 として第 14 ステップが終了して同塔 A は生成ガスにより最高圧 (2 kg/cm^2) に加圧されることになる。

そして実際上前記工程中第 7 ステップの如く並流減圧-第 1 段バージを行なうステップにあつては、第 1 段バージを受ける吸着塔の入力側から排気されるガスの濃度を検出し、この濃度が吸着成分に富んだ濃度から、原料混合ガスの濃度に若干近づいたときに、第 1 段バージの動作を止めるのであり、このときの吸着塔内圧が前記した如き圧力値となるのである。又こゝで圧力調整弁 V_5 の役割は、これを手動調整することにより、第 1 段バージを受ける吸着塔の圧力が上昇しないようにすることである。更に又圧力調整弁 V_4 の役割は再加圧の程度を調整するためのもので、第 2 段バージの工程にあつては、当該吸着塔の入力側における排気ガスの濃度が原料混合ガスの濃度と同等となるよう V_4 、 V_5 が調整され、各ステップの時間は各々の吸着塔が所定の圧力値を示しながら所望の動作を完了できるように決定される。

そして上記第 1 段バージのステップは、当該吸着塔の入力側からの排気ガス濃度が、原料混

特開 昭54-43179 (4)

(第 15 ステップ)

吸着塔 A は前ステップの第 3 再加圧後、 $VA1$ の開放により V_1 より原料混合ガスの供給を受けて最高圧 (2 kg/cm^2) を保持しながら、 $VA3$ の開放によつて吐出マニホールド M_3-V_3 を経て生成ガスを吐出すると共に、同ガスの一部は $VA5-VB-V_5-V_5D5$ を介して吸着塔 D の第 1 再加圧を行なう。

(第 16 ステップ)

吸着塔 A は依然として原料混合ガスの供給を続行される吸着状態にあつて、 V_3 からの生成ガス吐出を行ない、同ガスの一部は吸着塔 B へ $VP1-V_1$ を介して送り込むことにより、第 1 段バージを完了した同塔 B へ第 2 段バージを行なう。

そして次に前記第 1 ステップに戻り、順次既述動作が繰返され、詳記しない吸着塔 B、C、D でも位相がずれるだけで同一操作が繰返され、この結果 V_3 からは連続的に生成ガスが得られることになる。

合ガスの濃度に若干近づいた時点までの時間により決定され、第 2 段バージのステップは、当該吸着塔の入力側からの排気ガス濃度が、原料混合ガスの濃度と同等のものとなるまでの時間により決定されるのである。

本発明では上記のように減圧ステップ終了後のバージを第 1 段と第 2 段とによつて行なうようにし、前者には純度の低いガスを用い、後者ではじめて生成ガスを用いるようにしたために従来法によるバージの場合に比し生成ガスの使用量が半分以下となり、しかもその再生能力に全く遜色がないのであつて、その吐出量を比較したとき従来法よりも $10 \text{ Nm}^3/\text{hr}$ 程度増加し、回収効率では約 12 % と可成りの増収が見られた。

更にこれを実施する装置の面から考察してみても、減圧弁などの特殊な弁類を必要とせず、調整に手動弁のみで充分に行なうことができ、バージの調整も使用する弁が各々のバージ系統で 2 個使用を利用することになるため、微調整が可能となり、更にバージ時に使用するガス量

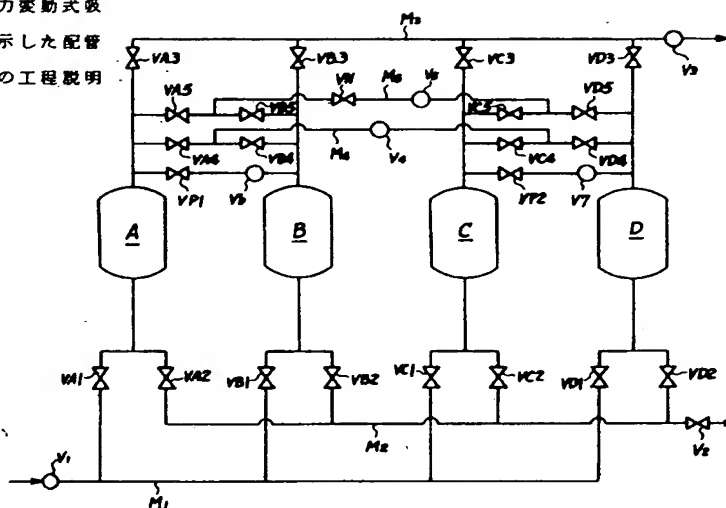
の無駄が省かれる利点がある。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を用いて行なう圧力変動式吸着分離法の実施に用い得る装置例を示した配管図、第2図は同装置による同分離法の工程説明図である。

特開 昭54-43179 (5)

第1図



第2図

ステップ	経過時間(sec)	A塔	B塔	C塔	D塔
1	0-20	吸着、吐出	加圧均等化Ⅰ	減圧均等化Ⅰ	再加圧Ⅰ
2	20-40	吸着、吐出	隔離	減圧	再加圧Ⅱ
3	40-50	並流減圧	再加圧Ⅰ	弁操作	吸着、吐出
4	50-60	減圧均等化Ⅱ	加圧均等化Ⅱ	弁操作	吸着、吐出
5	60-80	減圧均等化Ⅰ	再加圧Ⅱ	加圧均等化Ⅰ	吸着、吐出
6	80-100	減圧	再加圧Ⅲ	隔離	吸着、吐出
7	100-110	弁操作	吸着、吐出	再加圧Ⅰ	並流減圧
8	110-120	弁操作	吸着、吐出	加圧均等化Ⅱ	減圧均等化Ⅱ
9	120-140	加圧均等化Ⅰ	吸着、吐出	再加圧Ⅱ	減圧均等化Ⅰ
10	140-160	隔離	吸着、吐出	再加圧Ⅲ	減圧
11	160-170	再加圧Ⅰ	並流減圧	吸着、吐出	弁操作
12	170-180	加圧均等化Ⅱ	減圧均等化Ⅱ	吸着、吐出	弁操作
13	180-200	再加圧Ⅱ	減圧均等化Ⅰ	吸着、吐出	加圧均等化Ⅰ
14	200-220	再加圧Ⅲ	減圧	吸着、吐出	隔離
15	220-230	吸着、吐出	弁操作	並流減圧	再加圧Ⅰ
16	230-240	吸着、吐出	弁操作	減圧均等化Ⅱ	加圧均等化Ⅱ